PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2004-139838

(43) Date of publication of application: 13.05.2004

(51)Int.CI.

H01B 1/22

(21)Application number : 2002-303301

(71)Applicant: NORITAKE CO LTD

(22)Date of filing:

17.10.2002

(72)Inventor: NAGAI ATSUSHI -

TOMITA HIDEYUKI ABE NORIYUKI

(54) CONDUCTIVE PASTE AND ITS USE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a conductive paste capable of forming into a conductor pattern excellent in accuracy of form; and to provide an electronic part manufacturing method using the conductive paste.

SOLUTION: The conductive paste includes a conductive powder (typically an Ag powder) containing a noble metal or an alloy having a noble metal as the main constituent and an organic vehicle, where the following conditions are satisfied: (1) the conductive powder constitutes 80 mass% or more of the conductive paste; (2) the mean diameter of the particle of the conductive powder is less than 0.8 μ m; and (3) the ratio (D50/D0) of the median D50 of the diameter of the particle of the conductive powder to the minimum value D0 detectable as the diameter of the particle is less than 5. Preferably, the ratio (V1rpm/V10rpm) of the viscosity V1rpm at 1 rpm to the viscosity V10rpm at 10 rpm is in a rage of 2–5.

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開2004-139838 (P2004-139838A)

(43) 公開日 平成16年5月13日(2004.5.13)

(51) Int.C1.7

FΙ

テーマコード(参考)

HO18 1/22

HO1B 1/22

Α

5G301

審査請求 未請求 請求項の数 5 〇 L (全 15 頁)

(21) 出願番号

(22) 出願日

特顧2002-303301 (P2002-303301)

平成14年10月17日 (2002.10.17)

(71) 出願人 000004293

株式会社ノリタケカンパニーリミテド

愛知県名古屋市西区則武新町3丁目1番3

6号

(74)代理人 110000110

特許業務法人快友国際特許事務所

(72) 発明者 長井 淳

愛知県名古屋市西区則武新町三丁目1番36号 株式会社ノリタケカンパニーリミテ

ド内

(72) 発明者 冨田 秀幸

愛知県名古屋市西区則武新町三丁目1番3 6号 株式会社ノリタケカンパニーリミテ

ド内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 導体ペーストおよびその利用

(57)【要約】

【課題】形状精度のよい導体パターンを形成し得る導体ペーストを提供する。また、かかる導体ペーストを用いた電子部品製造方法を提供する。

【解決手段】本発明の導体ペーストは、貴金属または貴金属を主体とする合金からなる導電性粉末(典型的にはAg粉末)と有機ビヒクルとを含有し、以下の条件:(1). その導体ペーストに占める導電性粉末の割合が 80質量%以上;(2). その導電性粉末の平均粒子径が 0. 8 μ m以下;(3). その導電性粉末の粒子径の中央値 D $_{50}$ と検出可能な粒子径の最小値 D $_{0}$ との比(D $_{50}$ /D $_{0}$)が 5 以下;を満たすことを特徴とする。 1 r p m における粘度 V $_{1rpm}$ と 1 0 r p m における粘度 V $_{1rpm}$ との比(V $_{1rpm}$

m/V_{10.1pm}) が2~5の範囲にあることが好ましい。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項1】

貴金属または貴金属を主体とする合金からなる導電性粉末と、

有機ビヒクルとを含有する導体ペーストであって、

下記の条件:

- (1). 前記導体ペーストに占める導電性粉末の割合が80質量%以上である;
- (2). 前記導電性粉末の平均粒子径がO.8μm以下である;
- (3). 前記導電性粉末は、粒子径の中央値D soと検出可能な粒子径の最小値D min

との比 (D₅₀/D_{min}) が 1 ~ 5 である;

を満たす導体ペースト。

10

【請求項2】

ブルックフィールド回転粘度計により、4番スピンドルを用いて1rpmの条件で測定した粘度V_{1rpm}と10rpmの条件で測定した粘度V_{10rpm}との比(V_{1rpm}/

V」。。。。)が2~5である請求項1に記載の導体ペースト。

【請求項3】

前記有機ビヒクルを構成する溶剤の沸点が200℃以上である請求項1または2に記載の 導体ペースト。

【請求項4】

膜状導体が形成された基材を含む電子部品を製造する方法であって、

請求項1から3のいずれか一項に記載の導体ペーストを用意する工程と、

該導体ペーストを前記基材に付着させる工程と、

その付着された導体ペーストを焼成する工程とを包含する電子部品製造方法。

【請求項5】

前記膜状導体は幅 5 0 μ m 以下の線状部分を有する請求項 4 に記載の電子部品製造方法。

【発明の詳細な説明】

[00001]

【発明の属する技術分野】本発明は、セラミック基材等の基材上に膜状導体を形成する用途に用いられる導体ペーストに関し、詳しくは、比較的細かいパターンの膜状導体を形成する用途にも適する導体ペーストに関する。また、本発明は、かかる導体ペーストを使用して膜状導体を有する電子部品を製造する方法に関する。

30

20

[0002]

【従来の技術】ハイブリッドIC、マルチチップモジュール等を構築するのに用いられる配線基板その他の電子部品等に所定パターンの膜状導体(配線、電極等)を形成する材料として導体ペーストが使用されている。この導体ペーストは、導体を形成する主成分たる金属粉末と必要に応じて添加される種々の添加剤(無機結合剤、ガラスフリット、フィラー等)とを所定の有機媒質(ビヒクル)に分散させることにより調製される導体形成材料である。かかる導体ペーストは、スクリーン印刷等の一般的な手法によりセラミック基材等に印刷・塗布される。次いで、その塗布物(塗膜)を適当な温度で焼成する(焼き付ける)ことにより、当該セラミック基材等のセラミック電子部品上に所定パターンの膜状導体(導体パターン)が形成される。

40

導体ペーストに関する先行技術文献として以下のものが挙げられる。

[0003]

【特許文献1】

特開 2.0 0 1 - 2 5 0 4 2 2 号公報

【特許文献2】

特開平10-154629号公報

【特許文献3】

特開平9-310006号公報

【特許文献4】

特開平6-139813号公報

【特許文献5】

特開平9-231834号公報

【特許文献 6】

特開平 6 - 2 9 5 6 1 4 号公報

[0004]

【 発 明 が 解 決 し よ う と す る 課 題 】 こ の よ う な 導 体 ペ ー ス ト を 用 い て 形 成 さ れ る 導 体 パ タ ー ンの形状精度をより向上させることができれば有用である。例えば、より細かい導体パタ ーン(ファインパターン)を効率よく形成することができる。このことによって電子部品 の高密度化等を図ることができる。

そこで本発明は、形状精度のよい導体パターンを形成し得る導体ペーストを提供すること 10 を目的とする。本発明の他の目的は、かかる導体ペーストを用いた電子部品製造方法を提 供することである。

[0005]

【課題を解決するための手段】本発明者は、導体ペーストに含まれる導電性粉末の性状お よび導体ペーストの組成を検討することにより、上記課題を解決し得ることを見出した。

[0006]

本発明は、貴金属または貴金属を主体とする合金からなる導電性粉末と、有機ビヒクルと を含有する導体ペーストに関する。その導体ペーストに占める導電性粉末の割合(メタル)の平均粒子径は 0 . 8 μ m 以下(典型的には 0 . 1 ~ 0 . 8 μ m)である。また、その 20 導電性粉末を構成する導体粒子は、その粒子径の中央値Ds。と、検出可能な粒子径の最 小値 D min との比 (D so / D min) が 1 ~ 5 の 範囲 に ある。

かかる構成の導体ペーストによれば、形状精度に優れた導体パターンを形成することがで きる。例えば、導体パターンの表面の凹凸(うねり等)を低減する、導体パターンの外縁 の意図しない凹凸(うねり等)を低減する、離隔して形成されるべき導体パターンの間に 意図しない短絡(パターンの潰れ等)が生じることを抑制する、連続すべき導体パターン が途切れることを抑制する、のうち少なくとも一つを実現することができる。このことに よって、目標とする形状に近い(形状精度のよい)導体パターンを形成する性能が向上す る。

[0007]

本発明の導体ペーストの好ましい態様では、ブルックフィールド社製の回転粘度計(ブル ックフィールド回転粘度計)により、4番スピンドルを用いて1rpmの条件で測定した 粘度 V 1 r p m と 1 0 r p m の 条件 で 測定 した粘度 V 10 r p m と の比 (V 1 r p m / V 10:m) が2~5である。

このような粘度特性を有する導体ペーストは、塗布された導体ペースト(塗布物)の形状 維持性が良好である。例えば、所定のパターンに塗布された導体ペーストが垂れにくい。 これにより、塗布物を焼成するまでの間に塗布されたパターンの形状が滲みにくいので、 さらに形状精度のよい導体パターンを形成し得る。この導体ペーストはスクリーン印刷に 対する適性が良好である。例えばスクリーンからのペーストの抜けがよい。したがって、 特にスクリーン印刷法を適用して導体パターンを形成する用途に適している。

[0008]

このような導体ペーストの他の好ましい態様では、有機ビヒクルを構成する溶剤の沸点が 200℃以上である。

かかる組成の導体ペーストは、沸点の高い溶剤を含むことから、例えばスクリーン印刷法 により導体ペーストを基材に付着させる場合に、スクリーンの目詰まりを起こしにくい。 これにより、このスクリーン印刷を繰り返して実施する場合にも形状精度のよい導体パタ ーンを作製することができる。

[0009]

本発明によると、膜状導体(導体パターン)が形成された基材を含む電子部品の製造方法 が提供される。その製造方法は、上述した本発明のいずれかの導体ペーストを用意する工 50

40

程を含む。また、その導体ペーストを基材に付着させる工程を含む。また、その付着され た導体ペーストを焼成する工程を含む。

かかる方法によると、形状精度に優れた導体パターンを備える電子部品を効率よく製造す ることができる。

$[0 \ 0 \ 1 \ 0 \]$

この方法は、幅50μm以下の線状部分を有する膜状導体(導体パターン)を備えた電子 部品を製造するにあたって好ましく採用される。

このように細線状の部分(ファインライン)を含む導体パターンの形成においては、本発 明の導体ペーストの利点(典型的には、形状精度に優れた導体パターンを形成する性能に 優れるという利点)がよく発揮されるからである。

10

[0011]

【発明の実施の形態】以下、本発明の好適な実施形態を説明する。なお、本明細書におい て特に言及している内容以外の技術的事項であって本発明の実施に必要な事項は、従来技 術に基づく当業者の設計事項として把握され得る。本発明は、本明細書に開示されている 技術内容と当該分野における技術常識とに基づいて実施することができる。

[0012]

本発明の導体ペーストを構成する「導電性粉末」としては、銀(Ag),白金(Pt), パラジウム(Pd)、金(Au)等の貴金属の単体およびこれらの合金(AgーPd合金 、Pt-Pd合金等)、ならびに上記貴金属と他の金属との合金等からなるものが挙げら れる。これらのうち一種または二種以上を用いることができる。本発明にとり好ましい導 20 電性粉末としては、銀、銀主体の合金、白金または白金主体の合金からなるものが例示さ れる。コスト安や電気的抵抗の低さ等の観点から、銀または銀主体の合金(Ag-Pd合 金等)からなる導電性粉末が特に好ましく用いられる。

[0013]

この導電性粉末としては、平均粒子径が 0.8 μm以下(典型的には 0.1~0.8 μm) のものが適当であり、平均粒子径が 0.5 μ m 以下(典型的には 0.2 ~ 0.5 μ m) のものが好ましく用いられる。また、粒子径が 5 μ m 以上 (より好ましくは 2 μ m 以上) の粒子を実質的に含まないような導電性粉末が好ましく用いられる。この導電性粉末を構 成する粒子の形状は特に限定されず、球状、鱗片状、円錐状、棒状のもの等を使用し得る 。充填性がよく緻密な導体膜を形成しやすい等の理由から、球状の粒子を用いることが好 30 ましい。

[0014]

また、この導電性粉末としては粒度分布のシャープなものが好ましい。粒度分布のシャー プさ(狭さ)の程度は、例えば、粒子径の中央値Dg。と、検出可能な粒子径の最小値D minとの比 (D so/Dmin) によって表すことができる。ここで、「検出可能な粒 子径の最小値Dmin」としては、例えば、レーザ回折法を利用した粒度分布測定装置(株式会社堀場製作所製のレーザ回折/散乱式粒度分布測定装置、機種名「LA-920」 等)により測定して得られた粒度分布グラフにおいて、粒子が検出された粒子径(頻度が 0を超える粒子径)のうち最小の粒子径を表す値を用いることができる(図1参照)。ま た、粒子径の中央値Dェッとしては、上述のような粒度分布測定装置により測定されたメ ジアン径の値(平均粒子径の値)を用いることができる。一般に、粒度分布がシャープな 粉末ほど、この粒径比(Ds。/Dուո)の値が小さくなる。

40

[0015]

本発明にとり好ましい導電性粉末は、上記粒径比 (D 5 o/D min) が 1 ~ 5 (典型的 には1. 2 ≤ (D 5 o / D m i n) ≤ 5) となる粒度分布を有するものである。より好ま しい導電性粉末は、上記粒径比 (D so/D min) が 1 ~ 4 (典型的には 1.2≦(D so/Dmin) ≤ 4) となる粒度分布を有するものである。さらに好ましい導電性粉末 は、上記粒径比 (D s o / D m i n) が 1 ~ 3 (典型的には 1 . 5 ≦ (D s o / D m i n)≦3)となる粒度分布を有するものである。かかる平均粒子径および粒度分布を有する 導電性粉末を用いた導体ペーストは、導電性粉末の充填性がよく、緻密な導体膜を形成し 50

得る。このことは、細かい導体パターンを形状精度よく形成するにあたって有利である。 本発明の導体ペーストに好適な導電性粉末の典型例を以下に示す。

- (1). D_{50} が約0. 2μ mであり、 D_{min} が約0. $04\sim0$. 16μ m (好ましく は約0.06~0.13μm) である導電性粉末。
- (2). D 5 o が 約 0 . 3 μ m で あ り 、 D m i n が 約 0 . 0 6 ~ 0 . 2 5 μ m (好ましく は約0.1~0.2 μm) である導電性粉末。
- (3). D 5 o が 約 O . 4 μ m で あ り 、 D m i n が 約 O . O 8 ~ O . 3 3 μ m (好 ま し く は約0.13~0.27 µ m) である導電性粉末。
- (4). D 5 0 が 約 0 . 5 μ m で あ り 、 D m i n が 約 0 . 1 ~ 0 . 4 μ m (好 ま し く は 約 0.16~0.33μm) である導電性粉末。
- (5). D_{50} が約0. 6μ mであり、 D_{min} が約0. $12\sim0$. 5μ m (好ましくは 約0.2~0.4 μm) である導電性粉末。
- (6). D s o が 約 0 . 7 μ m で あ り 、 D m i n が 約 0 . 1 4 ~ 0 . 6 μ m (好 ま しく は 約0.23~0.47μm) である導電性粉末。

[0016]

このような平均粒子径および粒度分布を有する導電性粉末を製造する方法は特に限定され ない。例えば、周知の湿式還元法、気相反応法、ガス還元法等によって製造された導電性 粉末(典型的にはAg粉末)ものを、必要に応じて分級して用いることができる。かかる 分級は、例えば、遠心分離法を利用した分級機器等を用いて実施することができる。

[0017]

上記導電性粉末を分散させる「有機ビヒクル」としては、従来の導体ペーストに用いられ ているもの等を特に制限なく使用することができる。例えば、エチルセルロース、ヒドロ キシエチルセルロース等のセルロース系高分子、ポリブチルメタクリレート、ポリメチル メタクリレート、ポリエチルメタクリレート等のアクリル系樹脂、エポキシ樹脂、フェノ ール樹脂、アルキド樹脂、ポリビニルアルコール、ポリビニルブチラール等をベースとす る有機バインダ;ブチルセロソルブアセテート、ブチルカルビトールアセテート等のエス テル系溶剤、ブチルカルビトール等のエーテル系溶剤、エチレングリコールおよびジエチ レングリコール誘導体、トルエン、キシレン、ミネラルスピリット、ターピネオール、メ ンタノール等の有機溶媒等を用いることができる。

有機ビヒクルを構成する溶媒として好ましいものは、沸点が凡そ200℃以上(典型的に 30 はほぼ200~260℃)の有機溶媒である。沸点が凡そ230℃以上(典型的にはほぼ 2 3 0 ~ 2 6 0 ℃) の有機溶媒がより好ましく用いられる。このような有機溶媒として特 に好ましいものは、ブチルカルビトール、ブチルカルビトールアセテートおよび2、2、 4-トリメチル-1、3-ペンタンジオールモノイソブチレート等である。

[0018]

導体ペースト全体に占める導電性粉末の含有割合は、凡そ80質量%以下(典型的にはほ ぼ 8 0 ~ 9 8 質 量 %) と す る こ と が 適 当 で あ り 、 ほ ぼ 8 0 ~ 9 5 質 量 % の 範 囲 と す る こ と が好ましく、ほぼ85~95質量%の範囲とすることがさらに好ましい。導電性粉末の含 有割合を高くすることは、形状精度がよく緻密な導体パターンを形成するという観点から 好ましい。一方、この含有割合が高すぎると、導体ペーストの取扱性や印刷適性等が低下 40 することがある。

また、前記有機ビヒクルの含有割合は、ペースト全体のほぼ1~20質量%となる量が適 当であり、ほぼ5~20質量%となる量が好ましく、ほぼ5~15質量%となる量がさら に好ましい。

有機ビヒクルを構成する有機バインダは、導電性粉末100質量部に対して凡そ10質量 部以下(典型的にはほぼ0.1~10質量部)の割合で含有されることが好ましく、より 好ましくは凡そ5質量部以下(典型的にはほぼ0.2~5質量部)、さらに好ましくは凡 そ3質量部以下(典型的にはほぼ0.5~3質量部)である。

なお、各成分の含有率に係る上記数値範囲は厳密に解釈すべきでなく、本発明の目的を達 成し得る限りかかる範囲からの若干の逸脱を許容するものである。

10

[0019]

この導体ペーストは、ブルックフィールド回転粘度計により、4番スピンドルを用いて回転数1rpmの条件で測定した粘度V」、pmと回転数10rpmの条件で測定した粘度V」。orpmとの粘度比(V」、pm/V」orpm)が凡そ2~5となる粘度特性を有することが好ましい。上記粘度比が凡そ3~4の範囲にある導体ペーストがより好ましい

上記回転数 1 r p m における粘度 $V_{1\text{ r p m}}$ が同等である場合、上記回転数 1 0 r p m における粘度 $V_{1\text{ 0 r p m}}$ 低くなるにつれて上記粘度比($V_{1\text{ r p m}}/V_{1\text{ 0 r p m}}$)の値は大きくなる。この回転数 1 0 r p m(ずり速度が回転数 1 r p m の場合よりも速い場合)における粘度 $V_{1\text{ 0 r p m}}$ が低くなるということは、導体ペーストをスクリーン印刷 10 する際に、スクリーン(メッシュ)からの導体ペーストの「抜け」が良くなるという観点等から好ましい。このことによって、基材上に導体パターンを印刷する際の形状精度(印刷精度)をより高めることができる。

また、上記回転数10rpmにおける粘度 V 10 rpmが同等である場合、上記回転数1 rpmにおける粘度 V 1 rpmが高くなるにつれて上記粘度比(V 1 rpm/V 10 rpm) の値は大きくなる。この回転数1rpm(ずり速度が遅い場合)における粘度 V rpmが高くなるということは、基材に印刷された導体ペーストが流れ広がりにくい(ペーストの垂れが少ない)という観点等から好ましい。このことによって、印刷された導体ペーストの形状の滲みが抑制されるので形状精度の高い導体パターンを形成し得る。なお、上記粘度比(V 1 rpm/V 10 rpm)の値が大きすぎると、導体ペーストのレベリング性が低下傾向となることがある。

20

[0020]

この導体ペーストの好ましい粘度範囲は、ブルックフィールド回転粘度計により4番スピンドルを用いた回転数1rpmの条件での測定において、凡そ200Pa・s以上(典型的には凡そ200~700Pa・s)である。また、回転数10rpmにおける好ましい粘度範囲は凡そ100~300Pa・s(より好ましくは凡そ150~250Pa・s)である。導体ペーストの粘度が高すぎると取扱性や印刷適性が低下しがちとなる。一方、導体ペーストの粘度が低すぎると、塗布されたペーストが垂れやすくなることから、得られる導体パターンの形状精度が低下しやすくなる。

なお、本明細書中において言及する導体ペーストの粘度は常温において測定された粘度の 30値を示している。ここで「常温」とは $15\sim35$ の温度範囲をいい、典型的には $20\sim30$ の温度範囲(例えば25 で)をいう。

[0021]

かかる粘度および/または粘度比は、例えば、導体ペーストに含まれる導電性粉末の割合(メタルコンテント)、その導電性粉末の平均粒子径、導電性粉末の粒度分布等により調整することができる。また、有機ビヒクルを構成する溶剤の種類、有機バインダの種類およびこれらの割合等によっても調整することができる。また、粘度調整剤(可塑剤、増粘剤等)を用いて導体ペーストの粘度および/または粘度比を調整することもできる。かかる粘度調整剤としては、例えばジオクチルフタレート(DOP)、ジオクチルアジペート(DOA)、ジブチルフタレート(DBP)等の、導体ペーストの分野において周知の可40塑剤を用いることができる。このような粘度調整剤は、導電性粉末100質量部に対して凡そ5質量部以下(典型的にはほぼ0.05~3質量部)、さらに好ましくは凡そ3質量部以下(典型的にはほぼ0.1~2質量部)である

[0022]

その他、本発明の導体ペーストには、本発明のいずれかの目的を達成しうる限りにおいて、種々の無機添加剤および/または有機添加剤を含ませることができる。この無機添加剤の例としては、ガラス質その他のセラミック粉末、その他種々のフィラー等が挙げられる。また、有機添加剤の例としては、セラミック基材との密着性向上を目的としたシリコン 50

系、チタネート系及びアルミニウム系等の各種カップリング剤等が挙げられる。さらに、 本発明の導体ペーストに光硬化性(感光性)を付与したい場合には、種々の光重合性化合 物及び光重合開始剤を適宜添加してもよい。

なお、上記の他にも本発明の導体ペーストには、必要に応じて界面活性剤、消泡剤、酸化 防止剤、分散剤、重合禁止剤等の添加剤を適宜含ませることができる。これらの添加剤は 、従来の導体ペーストの調製に用いられ得るものであればよく、詳細な説明は省略する。

[0023]

本発明の導体ペーストは、従来の導体ペーストと同様、典型的には上記導電性粉末と上記 有機ビヒクルを混和することによって容易に調製することができる。このとき、必要に応 じて上述したような添加剤(粘度調整剤等)を添加・混合するとよい。例えば、三本ロー 10 ルミルその他の混練機を用いて、上記導電性粉末および各種添加剤を有機ビヒクルととも に所定の配合比で直接混合し、相互に練り合わせることにより、本発明の導体ペーストが 調製され得る。

[0024]

次に、本発明の導体ペーストを用いた膜状導体(導体パターン)形成に係る好適例につい て説明する。本発明の導体ペーストは、セラミック製の基材(ガラス基板や焼成アルミナ 基板、焼成ジルコニア基板等)その他の基材上に配線、電極等の膜状導体を形成するのに 従来用いられてきた導体ペーストと同様に取り扱うことができ、従来公知の方法を特に制 限なく採用することができる。典型的には、スクリーン印刷法やディスペンサー塗布法等 (特に好ましくはスクリーン印刷法)によって、所望する形状・厚みとなるようにして導 20 体ペーストを基材(典型的には、ガラス基板)に塗りつける(付着させる)。次いで、好 ましくは乾燥後、加熱器中で適当な加熱条件(ガラス基板または焼成セラミック基板を用 いた場合、最高焼成温度が概ね500~1000℃、好ましくは600~900℃)で所 定時間加熱することによって、その塗りつけられたペースト成分を焼成(焼き付け)・硬 化させる。この一連の処理を行うことによって、目的の膜状導体(配線、電極等)が形成 されたセラミック電子部品(例えばハイブリッドICやマルチチップモジュールの構築用 セラミック配線基板)が得られる。さらに、当該セラミック電子部品を組み立て材料とし て用いつつ従来公知の構築方法を適用することによってさらに高度なセラミック電子部品 (例えばハイブリッドICやマルチチップモジュール)を得ることができる。なお、かか る構築方法自体は、特に本発明を特徴付けるものではないため、詳細な説明は省略する。 [0025]

本発明の導体ペーストは、形状精度に優れた導体パターンを形成する性能に優れる。この ため、例えば、複数の線状導体膜がほぼ平行に形成された部分を有し、それらの線状導体 膜の幅(ライン幅)が凡そ70μm以下(典型的には約10~70μm)であり、それら の線状導体膜の間隔(ライン間隔)が凡そ70μm以下である(典型的には約10~70 μm)である導体パターンを形成する用途に適している。また、ライン幅が凡そ20~5 0 μ m (より好ましくは約30~50μm) であり、ライン間隔が凡そ20~50μm (より好ましくは約30~50μm)である導体パターンを形成する用途にも適している。 さらに、本発明の導体ペーストは、かかる導体パターンを備えた電子部品を製造する用途 に好適である。

[0026]

【実施例】以下、本発明に関するいくつかの実施例を説明するが、本発明をかかる実施例 に示すものに限定することを意図したものではない。

[0027]

< 実験例1>

本実験例は、導体ペーストを構成するAg粉末の性状が、その導体ペーストの性能(形状 精度のよい導体パターンを形成する性能;例えば後述するファインライン形成適性)に及 ぼす影響について検討した例である。

まず、導電性粉末として下記四種類のAg粉末を用意した。これらのAg粉末はいずれも 、一般的な湿式還元法により作製されたものを遠心分離機で分級することによって得るこ 50

とができる。これらのAg粉末の形状は略球状である。各Ag粉末の平均粒子径および粒径比(Dso/Dmin)の値は、株式会社堀場製作所製のレーザ回折/散乱式粒度分布測定装置、機種名「LA-920」を用いて測定した。Ag粉末1の粒度分布測定結果(体積基準)を図1に示す。このAg粉末1のDsoは約0.3μmであり、Dminは約0.1μmである。

[使用した導電性粉末]

Ag粉末1:平均粒子径が約0.3μm、Dso/Dminが約3である粉末。

Ag粉末2:平均粒子径が約0.7μm、D50/Dminが約3.5である粉末。

A g 粉末 3 : 平均粒子径が約 1 . 0 μ m 、 D 5 o / D m i n が約 4 . 5 である粉末。

Ag粉末4:平均粒子径が約1.5μm、Dso/Dminが約5.5である粉末。

[0028]

各Ag粉末と有機ビヒクルとを、Ag粉末の含有割合(メタルコンテント)が約90質量%となるように三本ロールミルにて混練することにより、試料1~4の導体ペーストを調製した。有機ビヒクルとしては、エチルセルロースをブチルカルビトールに溶解させたものを用いた。これらの導体ペーストは、Ag粉末100質量部に対してエチルセルロース約2質量部を含有する。

10

20

このようにして得られた導体ペーストの粘度は、10rpmの測定条件で、凡そ150~ 250Pa・sの範囲にあった。これらの導体ペーストの粘度比(Vュィゥェ/Vュゥィ

pm) は試料 1 については約 4 であり、試料 2 では約 3 であった。また、試料 3 の導体ペーストの粘度比 (V 1, pm / V 10, pm) は約 2 . 5 であり、試料 4 では約 2 . 2 であった。これらの粘度および粘度比は、ブルックフィールド社製の回転式粘度計(機種名「H B T 型 D V I I I I +」)により、 4 番 スピンドル (スピンドル 4 − 1 4) を用いて 2 5 ℃で測定したものである。

[0029]

これらの導体ペーストを、一般的なスクリーン印刷法によってガラス基材上に所定のパターンで塗布(印刷)した。このスクリーン印刷には#400メッシュのスクリーンを使用した。次いで、遠赤外線乾燥機を用いて、塗布された導体ペーストに100℃で15分間の乾燥処理を施した。その後、電気炉中において800℃で1時間の焼成処理を行った。このようにして基板上に導体パターンを形成した。

上記スクリーン印刷は、焼成後に長さ約15~20mm(目標値)の複数の平行線(線状 30 導体膜)から構成された導体パターンが形成され、それらの線状導体膜のライン幅/ライン間隔(L/S)の目標値が 30μ m/ 30μ mとなり、目標厚さが約 20μ mとなるように行った。各導体ペーストはそれぞれ 5 枚の基材に対して連続で(繰り返して)印刷し、その5 枚目に印刷された導体ペーストを乾燥・焼成して導体パターンを作製した。

[0030]

また、各導体ペーストにつき、ライン幅/ライン間隔(L/S)の目標値を変更した以外は上記と同様にして、L/Sの目標値が $4~0~\mu$ m/ $4~0~\mu$ mである導体パターンおよび L /Sの目標値が $5~0~\mu$ m である導体パターンを基板上に作製した。

さらに、市販の導体ペーストを用いて上記と同様にスクリーン印刷および焼成を行うことにより、上述した三種類の導体パターンを基板上に作製した。この導体ペースト(以下、 40 「市販品1」ともいう。)は、Ag粉末を約85質量%の割合で含有する。そのAg粉末の平均粒子径は約1.6 μ mであり、粒径比 D_{50}/D_{min} は約6.3(D_{50} =約1

. 6 μm、 D m i n = 約 0 . 2 6 μm) である。市販品1に含まれるA g 粉末の粒度分布測定結果(体積基準)を図2に示す。

なお、この市販品1の導体ペーストの粘度と上記と同様に測定したところ、10rpmにおける粘度は約200Pa・sであった。また、その粘度比(Virゅm/Viorゅm)は約2であった。この市販品1の導体ペーストに含まれる有機溶剤は主としてターピネオール(沸点約225℃)であった。

[0031]

得られた導体パターンの各線状導体膜につき、テスタを用いてその断線の有無を検査した 50

。これにより、試料1~4および市販品1の導体ペーストから形成された導体パターンの 断線率(%)を求めた。この断線率を指標として各導体ペーストのファインライン形成適 性を評価した。すなわち、断線率が低いほどファインライン形成適性に優れるといえる。 断線率の評価結果を、各導体ペースト(試料)を構成するAg粒子の性状とともに表1に 示す。

[0032]

【 表 1 】

		表	1			
違体	ペースト	試料1	試料2	試料3	試料4	市販品1
	種類	Ag粉末1	·Ag粉末2	Ag粉末3	Ag粉末4	
Ag粉末	平均粒子径(µm)	0. 3	0. 7	1. 0	1. 2	1.6
	D50/Dmin	3	3. 5	4. 5	5. 5	6. 3
	L/S=30/30 μ m	15	30	75	100	100
断線率(%)	L/S=40/40 µ m	0	0	44	75 ·	100
•	L/S=50/50 µ m	0	0	28	63	100

[0033]

表 1 から判るように、試料 1 または試料 2 の導体ペーストから形成された導体パターンは 、市販品1、試料3または試料4の導体ペーストから形成されたものに比べて明らかに断 線率が低かった。すなわち、試料1および試料2の導体ペーストはファインライン形成適 20 性が良好であった。

このように、本発明の一態様に係る導体ペーストによれば、スクリーン印刷法によって5 枚目に印刷された導体ペーストを焼成して形成された導体パターンにつき、その導体パタ ーンの L / S (目標値) が 4 0 μ m / 4 0 μ m の 場合、 5 % 以下 (より 好ましくは 1 % 以 下)の断線率を実現可能である。また、L/S(目標値)が30μm/30μmの場合に も、50%以下(より好ましくは25%以下)の断線率を実現可能である。

[0034]

<実験例2>

本実験例は、導体ペーストに含まれるAg粉末の割合(メタルコンテント)がファインラ イン形成適性に及ぼす影響について検討した例である。

30

上記Ag粉末1と有機ビヒクルとを、Ag粉末の含有割合(メタルコンテント)がそれぞ れ約80質量%(試料5)、約85質量%(試料6)、約90質量%(試料7)となるよ うに混練することにより、試料5~7の導体ペーストを調製した。有機ビヒクルとしては 、ブチルカルビトール、2, 2, 4ートリメチルー1, 3ーペンタンジオールモノイソブ チレート(沸点約248℃)、またはこれらの混合溶媒に、有機バインダとしてのエチル セルロースを溶解させたものを用いた。これらの導体ペーストは、Ag粉末100質量部 に対してエチルセルロース約2質量部を含有する。また、有機ビヒクルを構成する溶媒の 組成によって、得られる導体ペーストの粘度がほぼ同程度(ここでは約250Pa・s) となるように調整した。

[0035]

40

これら試料5~7の導体ペーストを用い、実験例1と同様にして、L/Sの目標値が30 μm/30μmである導体パターンを基材上に作製した。その導体パターンを光学顕微鏡 で観察することにより形状精度を評価した。この評価は、実験例1と同様に、5枚目に印 刷された導体ペーストを焼成して得られた導体パターンについて行った。導体パターンの 観察は、主として(1).ラインの表面および/または外縁の意図しない凹凸(うねり) の有無およびその程度、(2).ライン上の突起の有無およびその程度、(3).ライン・ の滲み(ライン潰れ)の有無およびその程度、(4).ラインの断線の有無およびその程 度の 観 点 か ら 行 っ た 。 こ れ ら の 観 察 結 果 か ら 総 合 的 に 導 体 パ タ ー ン の 形 状 精 度 の 高 さ (フ ァインライン形成適性)を判断した。その結果を表2に示す。表2中、「◎」は形状精度 が極めて良好であることを、「〇」は形状精度が良好であることを、「△」は形状精度が 50 やや良好であることを示している。

[0036]

【表 2】

表 2

導体ペースト	試料5	試料6	試料7
Ag粉含有率(質量%)	80	85	90
ライン品質(L/S=30/30μm)	Δ	0	0

10

[0037]

表2から判るように、Ag粉末の含有割合が85質量%以上(85~90質量%)の範囲 で良好な結果が得られ、Ag粉末の含有割合が90質量%の場合には特に良好な結果が得 られた。

なお、試料 5 の導体ペーストを用いて L / S の目標値が 4 0 μ m / 4 0 μ m の導体パター ンを形成し、上記と同様に形状精度を評価したところ、良好な評価結果(評価結果「〇」)が得られた。

[0038]

< 実 験 例 3 >

本実験例は、スクリーン印刷法により繰り返して導体ペーストを印刷し、このとき形成さ 20 れる導体パターンの形状精度の推移を検討したものである。

上記Ag粉末1と有機ビヒクルとを、Ag粉末の含有割合(メタルコンテント)がそれぞ れ約85質量%となるように混練して試料8の導体ペーストを調製した。有機ビヒクルと しては、ブチルカルビトールにエチルセルロースを溶解させたものを用いた。この導体ペ ーストは、Ag粉末100質量部に対してエチルセルロース約2質量部を含有する。

[0039]

この試料8の導体ペーストおよび市販品1の導体ペースト(有機溶剤の主成分:ブチルカ ルビトール)を用い、実験例1と同様にして、ガラス基板上にL/Sの目標値が30μm / 3 0 μ m で あ る 導 体 パ タ ー ン を 繰 り 返 し て 印 刷 し た 。 基 材 へ の 印 刷 回 数 が そ れ ぞ れ 1 0 回目(すなわち、10枚目に印刷された基板)、25回目、50回目、75回目および1 30 00回目に該当する導体ペーストを焼成して導体パターンを作製した。得られた導体パタ ーンの形状精度を実験例2と同様にして評価した。その結果を表3に示す。表3中、「◎ 」は形状精度が極めて良好であることを、「〇」は形状精度が良好であることを、「×」 は形状精度が不良であることを示している。

[0040]

【表3】

	-
==	_
-	•
	•
	•

		印刷回数(回)				
	Ī	10	25	50	75	100
試料8	L/S=30/30 µ m	0	0	0	0	0
	L/S=40/40 µ m	0	©	· ©	0	0
	L/S=50/50 µ m	0	0	0	0	©
市販品1	L/S=30/30 µ m	×	×	×	×	×
	L/S=40/40 µ m	×	×	×	×	×
	L/S=50/50 µm	0	×	×	×	×

[0041]

表3から判るように、試料8の導体ペーストによると、スクリーン印刷法により連続して 繰り返し印刷を行った場合にも形状精度の良い導体パターンを形成することができた。こ のことは、試料8の導体ペーストがスクリーンの目詰まりを起こしにくいことと関連して 50

(11)

いる。

[0042]

< 実験例4 >

本実験例は、有機バインダの使用量がファインライン形成適性に及ぼす影響について検討 した例である。

Ag粉末1を使用し、そのAg粉末100質量部に対するエチルセルロースの含有割合を それぞれ約1.5質量部(試料9)および約3質量部(試料10)とした点以外は実験例 3 と同様にして試料 9 , 1 0 の 導体ペーストを調製した。

これらの導体ペーストおよび試料8の導体ペーストにつき、実験例2と同様に、5枚目に 印刷された導体ペーストを焼成して形成された導体パターン(目標 L / S = 3 0 μ m / 3 10 Oμm)の形状精度を評価した。その結果を表4に示す。表4中、「◎」は形状精度が極 めて良好であることを示し、「〇」は形状精度が良好であることを示す。

[0043]

【 表 4 】

	表_4_		
	試料9	試料8	試料10
樹脂量(対Ag粉末100質量部)	1.5質量部	2質量部	3質量部
ライン品質(L/S=30/30 u m)	0	0	0

[0044]

表4に示すように、有機バインダ(ここではエチルセルロース)の含有割合がAg粉末に 対して3質量部以下(1.5~3質量部)の範囲にある導体ペーストは、いずれも形状精 度の良い導体パターンを形成することができた。有機バインダの含有割合が2質量%以下 (1. 5~2質量部)である試料8および試料9では特に良好な結果が得られた。

[0045]

< 実験例5 >

本実験例は、可塑剤の使用量がファインライン形成適性に及ぼす影響について検討した例 である。

Ag粉末1を使用し、そのAg粉末100質量部に対して、可塑剤としてのジオクチルフ タレート (DOP) を、それぞれ約0.5質量部 (試料11)、約1質量部 (試料12) および約2質量部(試料13)の割合となるように混合した。その他の点については実験 例3と同様にして試料11~13の導体ペーストを調製した。

これらの導体ペーストにつき、実験例2と同様に、5枚目に印刷された導体ペーストを焼 成して形成された導体パターン(目標 L / S = 3 O μ m / 3 O μ m)の形状精度を評価し た。その結果を表5に示す。表5中、「◎」は形状精度が極めて良好であることを示し、 「〇」は形状精度が良好であることを示す。

[0046]

【表5】

40

30

	表 5				
導体ペースト	試料11	試料12	試料13		
可塑剤量(対Ag粉末100質量部)	0. 5質量部	1質量部	2質量部		
ライン品質(L/S=30/30μm)	0	0	0		

[0047]

表5に示すように、可塑剤(ここではDOP)の含有割合がAg粉末に対して2質量部以 下(0.5~2質量部)の範囲にある導体ペーストは、いずれも形状精度の良い導体パタ ーンを形成することができた。可塑剤の含有割合が1質量%以下(0.5~1質量部)で 50

ある試料11および試料12では特に良好な結果が得られた。

[0048]

< 実験例6 >

本実験例は、有機バインダを構成する溶剤の種類がファインライン形成適性に及ぼす影響について検討した例である。

Ag粉末1と、各種の有機溶媒にエチルセルロースを溶解させた有機ビヒクルとを、Ag粉末の含有割合(メタルコンテント)がそれぞれ約85質量%となるように混練して導体ペーストを調製した。これらの導体ペーストは、Ag粉末100質量部に対してエチルセルロース約2質量部を含有する。ここで、有機溶媒としては、ブチルカルビトール(沸点約230℃、試料8の組成に相当する)、2、2、4ートリメチルー1、3ーペンタンジ 10オールモノイソブチレート(沸点約248℃、試料14)、ブチルカルビトールアセテート(沸点約245℃、試料15)、ターピネオール(沸点約225℃、試料16)およびメンタノール(沸点約216℃、試料16)を用いた。また、Ag粉末1に代えてAg粉末2を使用した点以外は上記と同様にして試料18~22の導体ペーストを調製した。

[0049]

[0050]

【表 6】

		表 6			
導体ペースト	試料8	試料14	試料15	試料16	試料17
Ag粉末の種類	Ag粉末1	Ag粉末1	Ag粉末1	Ag粉末1	Ag粉末1
溶剤の種類	BC	TPI	BCA	ターピネオール	メンタノール
ライン品質(L/S=50/50~70/70μm)		0	0	Δ	Δ

30

[0051]

【表7】

授	7			
試料18	試料19	試料20	試料21	試料22
Ag粉末2	Ag粉末2	Ag粉末2	Ag粉末2	Ag粉末2
ВС	TPI	BCA	ターピネオール	メンタノール
0~0	0	0~⊚	Δ	Δ
	Ag粉末2 BC	試料18 試料19 Ag粉末2 Ag粉末2 BC TPI	試料18試料19試料20Ag粉末2Ag粉末2Ag粉末2BCTPIBCA	試料18試料19試料20試料21Ag粉末2Ag粉末2Ag粉末2Ag粉末2BCTPIBCAタービネオール

40

[0052]

表 6 および表 7 に示すように、沸点が 2 3 0 ℃以上の有機溶媒を用いた導体ペースト(試料 8 , 1 4 , 1 5 および試料 1 8 ~ 2 0) によると、より沸点の低い有機溶媒を用いた導体ペースト(試料 1 6 , 1 7 , 2 1 および 2 2) に比べて、さらに形状精度が改善された 導体パターンを形成することができた。

[0053]

< 実験例7 >

導体ペーストの種類によって形状精度が異なる様子を示す。

試料8の導体ペーストを用い、スクリーン印刷法によってガラス基板上にL/Sの目標値 が100μm/100μmである導体パターンを印刷した。その印刷された導体ペースト を実験例1と同様にして乾燥させた。その乾燥膜の光学顕微鏡写真を図3に示す。また、 市販品1の導体ペーストを同様に印刷・乾燥させて得られた乾燥膜の光学顕微鏡写真を図 4に示す。

図 3 と 図 4 と の 比 較 か ら 判 る よ う に 、 試 料 8 の 導 体 ペ ー ス ト か ら 形 成 さ れ た 乾 燥 膜 は 、 市 販品1の導体ペーストから形成された乾燥膜に比べて形状精度が良好である。このことは 、 具 体 的 に は 、 試 料 8 の 導 体 ペ ー ス ト か ら 形 成 さ れ た 乾 燥 膜 で は ラ イ ン 外 縁 の 凹 凸 (う ね り)がより少ないこと等から把握され得る。

[0054]

また、試料8の導体ペーストを用い、スクリーン印刷法によってガラス基板上にL/Sの 目標値が50μm/50μmである導体パターンを印刷した。その印刷された導体ペース ト を 実 験 例 1 と 同 様 に し て 乾 燥 ・ 焼 成 し た 。 得 ら れ た 導 体 パ タ ー ン (焼 成 膜) の 光 学 顕 微 鏡写真を図5に示す。また、市販品1の導体ペーストを同様に印刷・乾燥・焼成して得ら れた導体パターンの光学顕微鏡写真を図6に示す。

図5と図6との比較から判るように、試料8の導体ペーストから形成された導体パターン は、市販品1の導体ペーストから形成された導体パターンに比べて形状精度が良好である 。このことは、具体的には、試料8の導体ペーストから形成された導体パターンではライ ン外縁の凹凸(うねり)がより少ないこと等から把握され得る。また、試料8の導体ペー ストによると、市販品1に比べてより緻密な焼成膜が形成されていることが判る。

[0055]

20

10

以上、本発明の具体例を詳細に説明したが、これらは例示にすぎず、特許請求の範囲を限 定するものではない。特許請求の範囲に記載の技術には、以上に例示した具体例を様々に 変形、変更したものが含まれる。

また、本明細書または図面に説明した技術要素は、単独であるいは各種の組み合わせによ って技術的有用性を発揮するものであり、出願時請求項記載の組み合わせに限定されるも のではない。また、本明細書または図面に例示した技術は複数目的を同時に達成するもの であり、そのうちの一つの目的を達成すること自体で技術的有用性を持つものである。

【図面の簡単な説明】

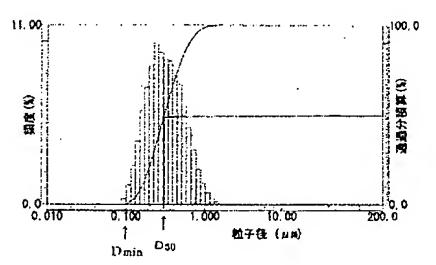
【図1】実験例の導体ペーストに用いたAg粉末1の粒度分布測定結果を示す特性図であ 30 る。

【図2】市販の導電ペーストに含まれるAg粉末の粒度分布測定結果を示す特性図である

- 【図3】試料8の導体ペーストを用いて形成された乾燥膜の光学顕微鏡写真である。
- 【図4】市販品1の導体ペーストを用いて形成された乾燥膜の光学顕微鏡写真である。
- 【図 5 】試料 8 の 導体ペーストを用いて形成された導体パターンの光学顕微鏡写真である

【図6】市販品1の導体ペーストを用いて形成された導体パターンの光学顕微鏡写真であ る。



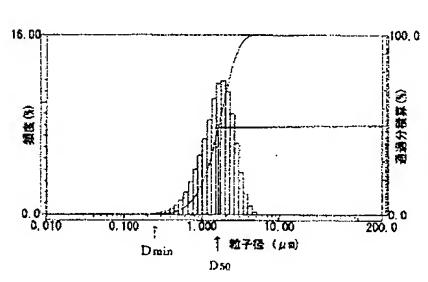


【図3】

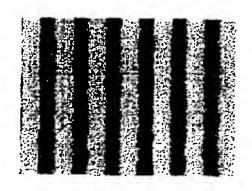


【図4】

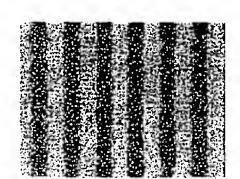
【図2】



[図5]



【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 阿部 規之

愛知県名古屋市西区則武新町三丁目1番36号 株式会社ノリタケカンパニーリミテド内 Fターム(参考) 5G301 DA02 DA42 DD01

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS	
IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES	
FADED TEXT OR DRAWING	
BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING	
SKEWED/SLANTED IMAGES	
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS	
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS	•
☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT	
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR	QUALITY
OTHER:	

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.